(19) 日本国特許庁 (JP)

①特許出願公開

⑫公開特許公報(A)

昭59—46252

DInt. Cl.3	識別記号	庁内整理番号 2025 AH	43公開 昭和59年(1984)3月15日
C 07 C 103/44		7375—4H	7° 110 ~ #L 1
B 01 F 17/28		8317—4G	発明の数 1
C 07 C 103/64		7375—4H	審査請求 未請求
103/737		7375—4H	
103/82		7375—4H	
143/74		6667—4H	
143/77		6667—4H	
143/78		6667—4H	(全 10 頁)

図含フツ素アミノカルボキシレートおよびその 製法

②特

願 昭57-155887

22出

願 昭57(1982)9月9日

⑩発 明 者 橋本豊

浦和市上木崎2-7-34

⑫発 明 者 亀井政之

浦和市鹿手袋112-24

①出 願 人 大日本インキ化学工業株式会社 東京都板橋区坂下3丁目35番58

号

⑪出 願 人 財団法人川村理化学研究所

浦和市上木崎2丁目7番8号

का स्था द

1. 発明の名称

含フツ素アミノカルポキシレートおよびその製法

- 2. 特許請求の範囲
 - 1. 一般状

$$R_{1}-Z-Q-N = Q_{1}-COOM_{1}$$

$$Q_{2}-COOM_{2}$$
(1)

/但し、R₂は水米原子または炭米数が1~6 ↑
なるアルキル基を扱わすものとし、 1は1~

6なる粒数であるものとする。

なる基を扱わすものとし、iは1~3なる軽数である ものとする。

なる三個の連絡基を、Qは $+ CH_2 + g$ 、 $- CH_2 CH CH_2 + ...$ OH $+ CH_2 + g$ O $+ CH_2 + g$ せたは $+ CH_2 + g$ O $+ CH_2 + g$ $- O + CH_2 + g$

但し、 8は1~6なる遊紋であり、 in および nはそ れぞれ2~6なる整紋であり、 p および q はそれぞれ 2 または3であるものとする。

なる二師の連結基を、Q」およびQ」はそれぞれ

+CH2→ または+CH2→s

但し、「および®はそれぞれ1~3なる整数である ものとする。

なる二個の連絡基を、M,およびM,はそれぞれ水素原子または無機もしくは有機のカチオンを設わすものとする。

で示される含フツ索アミノカルポキシレート化合物。

2. 一 版 式

$$R_1 - Z + Q - N \stackrel{\text{H.}}{\sim} I$$

但し、式中のRfは酸素原子を含んでいてもよい炭素数が3~20なるポリフロロアルキル基、ポリフロロアルケニル基、ポリフロロシクロヘキシル基、ポリフロロシクロヘキシクロヘキシル・アルキンル・アルキル基またはポリフロロシクロヘキシル・アルケニル基を、2は一SO2N、一CONへ、一R1 R1 R1

なる二個の連結基を表わすものとする。

で示される含フツ紫アミン化合物にカルボキシル化剤を反応させ、さらに必要により中和せしめることを特徴とする、 前配一般式[1]で示される含フツ紫アミノカルボキシレー ト化合物の製法。

8. 前記カルボキシル化剤が、一般式

$$X \leftarrow C H_2 \rightarrow_1 C O O M_1$$
 (III)

但し、次中の X は塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子を扱わすものとし、 1 は 1 ~ 3 なる整数であるものとし、M₁は前出の辿りである。

で示される化合物であることを特敵とする、特許層水の範 団第2項に記載の方法。

- 前記カルボキシル化剤がアクリル酸であることを特徴と する、特許弱米の範囲第2項に配載の方法。
- 5. 前間カルボキシル化剤が、炭素数が3または4なるアル

但し、R₁は炭素数が1~12なるアルキル基、アルケニル基もしくは芳香環を含む一価の基、または + CH₂CH₂→₁ R₂

他し、R₂は水米原子または炭米数が1~6 かなるアルキル基を扱わすものとし、jは1~ 6なる監数であるものとする。

なる些を扱わすものとし、 iは i~3 なる遊紋である ものとする。

なる二個の連結基を、Qは+CH₂+_ℓ、-CH₂CH CH₂-、OH +CH₂+_m O+CH₂+_n または+CH₂+_p O+CH₁+₂ O-+CH₂+_n

但し、 βは 1 ~ 6 なる整数であり、 π および n はそれぞれ 2 ~ 6 なる整数であり、 p および q はそれぞれ 2 または 3 であるものとする。

カノラクトン類であることを特徴とする、特許請求の範囲 第2項に配量の方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は新規にして有用なる含フツ紫アミノカルボキシレート化合物と、それら新規化合物の製造法とに関し、さらに評価には、優れた昇面活性特性を有する、分子中にポリフロロアルキル基を必須の基として含有し、かつ、2 値のカルボキシル基を含有した新規化合物に関するものであり、そしてそれら新規化合物を製造する方法に関するものである。

両性界面括性剤は、一般に耐硬水性に優れ、なおかつイ オン性を異にした他種の界面括性剤との相密性にも富んで いることから、汎用性のある界面括性剤として、近年とみ に注目を集めている。

パーフロロアルキル基の如き、フツ素化脂肪族器を有す

特開昭59-46252(3)

る含フツ素制性界面括性剤も上紀の特長と共に、著しい表面張力低下記および起泡性などの、いわゆる界面括性特性を有する処から、その高付加価値性を生かして、泡沫消火剤、優高剤、液油削および浸透剤など種々の用途へと利用がはかられつつある。

しかしながら、 $C_1F_{17}SO_2N(CH_2)_1$ $\stackrel{\Theta}{N}(CH_3)_2COO$ で表わされるベタイン型両性活性剤のような従来の含フツ素両性弁面活性剤は、等電点の近份(pH5~8)と強酸性の領域とにおいて、水への経解性が低下し、その結果は次面張力低下記および起泡性などの諸界面活性特性が著しく分化するという東大な欠点を有している。

本第明者らは、上述の如き観点から観意研究を重ねた結果、 後掲する如き分子中に 2 個のカルボキシル基を有する 特定の言フツ素両性昇面活性剤が、表面張力低下能、起泡 性、 顧慮水性ならびに競放性の領域における水裕解性など の棟々の特性の点で、公知の含フツ米ペタイン超両性弁面 活性剤よりも格別に使れていることを見出し、本発明を完 成させるに至つた。

すなわち、本発明は一般式

$$R_1 - Z - Q - N \qquad Q_1 - COOM_1 \qquad (1)$$

但し、式中の R f は 酸素原子を含んでいてもよい 炭素酸が 3~2 0 なるポリフロロアルキル基、ポリフロロアルケケニル基、ポリフロロシクロへキシル、ポリフロロシクロへキシル・アルキル基またはポリフロロシクロへキシル・アルケニル基を、 Zは S O 2 Nー、 - C O N - 、 + C H 2 C H 2 + i S O 2 N - 、 + C H 2 C H 2 + i C O N - 、 R 1 R 1 R 1

G U し、 R 1 は 炭素数が 1~12 なるアルキル基、アル

ケニル基もしくは芳香泉を含む一価の港、または + CH₂CH₂+_jR₂

(但し、 R2は水素原子または炭素数が 1 ~ 6 なるア ルキル基を表わすものとし、 jは 1 ~ 6 なる整数 であるものとする。

なる基を表わすものとし、 i は 1 ~ 3 なる整数である ものとする。

なる二師の連結基を、QはモCH2CH2ナル、

- СИ₂ СИСИ₂--, - (СИ₂-)₁₁₁ О-(СИ₂-)_n \$ tct

+ C 112+p O+ C 112+j O+ C 112+q

但し、 0 は 1 ~ 6 なる 監紋であり、 m だよび n はそれ〕 ぞれ 2 ~ 6 なる 監紋であり、 p および q はそれぞれ 2 または 3 である ものとする。

なる三個の運結基を、 Q_1 および Q_2 はそれぞれ $+CH_2$ 全または $+CH_2$)。

但し、rおよびsはそれぞれ1~3かる監督である ものとする。

なる二個の連結基を、M₁ および M₂はそれぞれ水光原子または無機もしくは有板のカチォンを装わすものとする。
で示される、分子中に 2 個のカルボキシル基を有する含フ
ツ業アミノカルボキシレート化合物を提供するものであり、
さらにかかる新規化合物を製造する方法をも提供するもの
である。

ここにおいて、本発明の含フツ素アミノカルボキシレート化合物とは前掲の一般式[I]で示されるものであつて、 式[I]中の、まずR_Iは炭素数が3~20、好ましくは4~18なるポリフロロアルキル基やポリフロロアルケニル 基などを指标するものであるが、それらの基としては値鎖 状、分岐状もしくは環状(たとえばシクロヘキシル基のような基を含んだもの)またはそれらを適宜組み合わせた形 のいずれでもよく、さらにはこれらの主鎖中に酸素原子を含み、かつ、この酸素原子が各ポリフロロアルキル基料よび/またはポリソロロアルケニル基などを連結させた形のもの、たとえば(CF₂)₂CFOCF₂CF₂— であつてもよい。より好ましくは頂鉛のものが適当であり、とくに好ましくはパーフロロアルキル基またはパーフロロアルケニル基である。

次化、式 $\{I\}$ 中の M_1 および M_2 はそれぞれ水素原子または無像もしくは有機のカチォンであるが、そのうちでも代数的なものとしてはH、 L_i ⁺、 N_a ⁺、K⁺、 C_a ⁺⁺、 M_g ⁺⁺ または一般式

$$\left(N\left(H\right)_{g}\left(R_{s}\right)_{h}\right)^{+}$$
 [IV] 但し、実中の R_{s} は炭素紋が $1\sim4$ なるアルギル基、またはヒドロギシエチル基を表わずものとし、 g および h は それぞれ $0\sim4$ なる軽紋であつて、かつ、 $g+h=4$ を納

 $C_{0}F_{17}O \longrightarrow CON-CH_{2}CHCH_{2}N$ $CH_{2}CH_{2}COONa$ $CH_{2}CH_{2}COONa$

本発明に係る智フン素アミノカルボキシレート化合物は、 次の製造方法により高収率かつ経済的に製造することがで 足するものである。

本発明の台フツ紫アミノカルボキシレートの具体例としては、次の如きものを挙げることができる。

キス

すなわち、一般式

$$R_{f}-Z-Q-N$$
(II)

但し、式中の R_f 、 Zおよび Qはすべて前出の通りで ある。

で示される含フツ素アミン化合物化、一般式

$$X \leftarrow CH_2 \rightarrow COOM$$
 (III)

但し、式中のXは塩素原子、臭素原子またはヨウ素原子を扱わすものとし、には1~3なる整数であるものとし、低、1は前出の辿りである。

で示される化合物、アクリル酸、および炭素数が3または 4なるアルカノラクトン類よりなる餅から選ばれる1棟ま たは2種類のカルボキシル化剤を反応させることにより得 られる。 とこで、上掲の式 (JH) で示される化合物として代表的な ものにはモノクロル作成ナトリウム、 タープロモーブロピ オン(双ナトリウムまたは r ークロロー路酸ナトリウムなど がある。

本発明方法を契慮するに当つて、削掲の式 (II) で示される化合物に、カルボキシル化剤としての削掲の式 (III) で示される化合物を反応させる場合に用いられる反応裕媒としては通常、メタノール、エタノール、イソプロビルアルコール、メチルセロソルブ、エチルセロソルブ、プチルセロソルブ、ブチルセロソルブ、アチルカルビトール、ジメチルスルホキンド、ジメチルホルムアミド、アセトニトリルなどの水に可裕性の有似結剤と水との社合条が挙げられ、特にイソプロビルアルコールあるいはブチルカルビトールとぶとの混合系が適している。反応酷敗および反応時間としては 60~140

水酸化ナトリウム、水酸化カリウムまたはアミン類などの 塩基性物質が適している。

他方、前抱の式[II]で示される化合物は、別のカルボキシル化剤としてのアクリル酸あるいは炭素紋3または4のアルカノラクトン類を反応させる場合に用いられる反応

「ルカノラクトン類を反応させる場合に用いられる反応

「なとしては、ジオキサン、テトラヒドロフラン、アセトン、メチルエチルケトン、クロロホルム、ジクロルエタン、アセトニトリル、酢酸メチル、酢酸エチル、ジメチルホルムアミドまたはジメチルスルホキシドなどの非プロトン供

「ない適しており、反応温度としては0~140℃、好ましくは10~80℃が適当であり、反応時間としては5~20時間が適当である。

上記した如き方法によつて、特に式(1)中のQ1とQ2と が相異なれる目的を製造する場合には、前掲の式(11)で示 される化合物に対して、前記した各タイプから返ばれる1

協力のカルボキシル化剤を 1.0~1.2 倍モル当量の割合で 反応させ、しかるのちに別のタイプのカルボキシル化剤を 1.0~1.2 倍モル当量の割合で反応させればよく、これと は逆に、Q1=Q2であるような目的化合物を製造する場合 には、前指の式(用)で深される化合物に対して、2.0~ 2.2 倍モル当量の)カルボキシル化剤を一時に反応させれば よい。

ここで、本発明の含フツ紫アミノカルボキシレート化合物の水高液についての発泡性(起泡性)と表面張力とをま とのて選1級に示すことにする。



		o.		液
4、 夠 化 合 物	p H	起泡包	E *1) (ns)	炎面張力*2) (pH7.5)
		蒸留水稻液	海水稻液	(dyne/ca)
Ca F ₁₃ S O _z N-(-CH _z -) ₃ N (CH _z COONs) II	2.0 7.5	2 4 0 2 6 8	2 3 8 2 5 5	1 8.2
CH2COON®	1 0.0	270	262	1 0. 2
/CH2COONa	2.0	251	. 2 5 0	4.0.7
$C_8 F_{17} SO_2 NCH_2 CHCH_2N \left\langle \frac{CH_2COON_8}{CH_2CH_2COON_8} \right\rangle$	7.5 1 0.0	273	278 280	1 8.3
OII (CII2+), COON a	2.0 7.5	2 3 1 2 5 7	234	1 % 6
$\begin{array}{c} OH \\ C_0 F_{13} S O_2 N - C H_2 C H C H_2 N \\ C_1 F_1 C H_2 C H C H_2 N \end{array} + \begin{array}{c} C H_2 + \\ C C H_2 + \\ C C H_2 - \end{array} + \begin{array}{c} C OON a \end{array}$	1 0.0	261	266	1 7. 6
	2.0	267	2 6 2 2 7 0	1 7. 7
$C_6 F_{17} C H_2 C H_2 C O N + C H_2 + N \begin{pmatrix} C H_2 C H_2 C O O N a \\ C H_2 C H_2 C O O N a \end{pmatrix}$	1 0.0	2 8 1 2 8 0	280	' ' '
CH, CH, CH, CH, COOLi	2.0	2 2 2	216	4 0 4
$C_0 F_{17} O = S_0 O_1 N + C II_2 + N + C II_2 + N + C II_2 C I$	7. 5 1 0. 0	2 4 8 2 5 1	2 4 2 2 5 7	1 8.1
CH2CII2COONs	2.0	227	2 2 9	4.0.5
$C_8 F_{17} S O_2 N + C H_2 + \frac{1}{3} O + C H_2 + \frac{1}{3} N \left\langle \frac{C H_2 C H_2 C O O N a}{C H_2 C H_2 C H_2 C O O K} \right\rangle$	7. 5 1 0. 0	2 4 8 2 4 7	2 4 3 2 4 9	1 8.5

- *1) ロスマイルス法による腐下直後の値。
- *2) ウイルヘルミ法により蒸留水裕液を用いて25℃で制定。

第1表に示したように、本発明の含フツ業アミノカルボ キシレートは、幅広いpH領域で純水にも海水にも安定に 裕解し、餘性、中性およびアルカリ性のいずれのpH領域 でも昇面活性を被じないものであり、こうした特性は実用 上位めて有用なものである。

さらに、本発明の化合物はカルシウムイオンに対しての 安定性もよく、耐海水性にも極めて優れていることが確認 された。すなわち、改良ハルツ(Hardt)法によりカルシ ウムイオン安定性を耐べた処を一例として示すと、本発明 の含フツ素アミノカルボキシレート化合物は、pH 7.5 な る場合において健康が 5,0 0 0 ppm(Ca CO₂ 候例)以上と なつても完全に番解しているのに対して、従来のベタイン 型外価估性剤、例えば C_aF_{17} SO_2N (CH_2)。O (CH_3)。O CH2 COO にあつては、既に 1,3 0 0 ppm で相分離が認められ、 遂には外面估性を失うに到る。 以上の点からも明らかなように、本発明の含フッ紫アミノカルボキシレート知は、海水溶液での起泡性および泡安定性に使れていること、炎血張力低下能にも使れていること、しかも耐硬水性に優れ、かつpHに対する安定性にも 候れていることなどの界面活性特性を具備するものであり、かかる諸特性のゆえに海深消火剤、水成膜形成性油火災用消火剤、起泡剤、洗剤剤および湿潤剤への応用に特に適している。またレベリング剤、強料添加剤、防汚剤、樹油剤、プラスチンク添加剤、衍電防止剤または離型剤などへの応用にも好適である。

次に、本発明を実施例により具体的に説明する。

突施例 1

冷却用コンデンサーおよび提拌器を備えた300m60)4

つ口丸底フラスコに、Nー(3ーTミノブロビル)パーフロロへキシルスルポンTミド10g(0.0219モル)、モノクロル酢酸ソーダ5.4g(0.0460モル)、イソブロビルアルコール30gおよび水40gを秤収し、そこへ水酸化ナトリウム194g(0.0460モル)を密解した水溶液の20mを、85~90℃で提拌しながら、2時間かけて調下した。調下終了後、90℃でお時間設施させた。イソプロビルアルコールおよび水を留去させて固件致塩をエタノールから再結晶せしめた処、収損は9.3gであつた。

元素分析				
	C	н	N	F
分析值(4)	2 5. 5	2. 0	4. 4	4 0. 1
計算值(%)	2 5.3	1. 8	4. 5	4 0. 1

NMRスペクトル(D2O俗鉄、DSS基準)

1 B 5 ppm (m, 2 H), 3.1 5 ppm (m, 4 H)
4.2 U ppm (a, 4 H)

奖施例2

C₆F₁₇SO₂NCH₂CHCH₂NCH₂CHCH₂NCH₂CHCONA
の合体
CH₂CH₂CHCOONA

冷却用コンデンサーおよび操粋器を備えた300m604
つ口丸経ソラスコに、N-(2-ヒドロキシーN'-nプロピルーN'ーパープロロオクテルスルホニルーアーTミ
ノフロピル)グリシン・ナトリウム塩15g(0.0216
モル)、ダークロルプロピオン酸ナトリウム31g
(0.0238モル)およびインプロヒルブルコール50g、
水40gを秤取し、そこへ水搾化ナトリウム10g
(0.0238モル)を溶解した水溶液の20mを、85~
90℃で強力に提择しながら、2時間かけて溶下した。腐
下終了後、90℃で8時間違流させた。インプロピルアルコールおよび水を留去させて固体残液をメタノールから内
結晶せしめた。収量は13.8gであつた。

 元本分析
 C
 H
 N
 F

 分析値(3)
 2.8.4
 2.5
 5.6
 40.9

 計算値(4)
 2.8.9
 2.4
 3.6
 41.0

NHRスペクトル (DzO 裕雄、 DSS 基章)

0.9 3 ppm (t, 3 H), 1.6 3 ppm (m, 2 H)
2.1 6 ppm (t, 2 H), 3.1 0 ppm (t, 2 H)
3.3 0 ppm (m, 6 H), 3.8 3 ppm (m, 1 H)
4.2 0 ppm (s, 2 H)

妈加例3

Cit Coon a Ca Fit Sot N Cit CHCHt N Cit Coon a Ca Ht OH Cit Coon a

冷却用コンデンサーおよび投择器を備えた30 (1 m²) 4
つ口丸庭フラスコに、N-(2-ヒドロキシーN'-n-ブロビルーN'-パープロロオクチルスルホニルーエー下ミノブロビル) クリシンナトリウム塩158(00216モル)

水酸化ナトリウム 0.9 g (0.0 2 1 6 モル) およびアセトニトリル 1 0 0 9 を秤取し、3 0 ℃で撹拌したがら、アクリル酸 1.5 7 g (0.0 2 1 6 モル) を溶解したアセトニトリルの溶放 2 0 9 を、3 時間かけて腐下した。腐下終了後、4 0 ℃でさらに 3 時間撹拌した。アセトニトリルを破圧下で開去させて固体気能をメタノールから性結晶せしめた。収量は 1 4.1 g であつた。

元素分析、NMRスペクトルを検討した結果、実施例2 の代合物と回等のものが得られていることが確認された。 実施例4

CaFitSONCHzCHCHzN CHzCHCHzN CHzCOONa の合体

冷却用コンデンサーおよび機拌器を備えた300mcの3つ口丸底フラスコに、N-(2-ヒドロキシーN'-n-ブロビル-N'-パーフロロオクチルスルホニルーケーアミノ

特周昭59-46252(8)

プロピル)グリシン・ナトリウム塩15g(0.0216モル)、水酸化ナトリウム0.9g(0.0216モル)、βープロピオラクトン1.5 4g(0.0216モル)およびアセトニトリル100gを秤収し、30℃で20時間採拌した。アセトニトリルを留去させてペースト状效値をインプロピルアルコールから円結晶せしめて、128gなる収益で目的化合物を得た。

元素分析、NMRスペクトルの検討の結果、実施例2 および 3 の化合物と同等のものが得られていることが確認された。

火施例5

冷却用コンデンサーおよび促拌器を備えた300mcの3 つ口丸庭フラスコ化、N-(2-ヒトロキシエチル)-N 一(2ーヒドロキシー3ーアミノプロビル)パーフロロへキシルスルホンアミド10g(00194モル)、水砂化カリウム22g(00388モル)、アープチロラクトン3.3g(00388モル)およびアセトニトリル100gを秤収し、30℃で20時間慢拌した。アセトニトリルを留去させ、ベースト状火液をイソプロビルアルコールから円結晶せしめた。収損は7.8gであつた。

NMRスペクトル(D.O裕県、DSS基準)

1.5 3 ppm (m. 4 H), 2.1 U ppm (t. 4 H)
5.2~3.4 ppm (m. 1 O H), 3.6 O ppm (t.
2 H), 3.8 6 ppm (m. 1 H)

建施约6

の合成

店却用コンデンサーおよび批拌器を備えた300mの4
つ口丸屋フラスコに、Nー(3ーアミノプロビル)パーフロコオクチルエタンスルホンアミド10g(0.0171モル)
水酸化ナトリウム144g(0.0342モル)およびアセドニトリル100gを神収し、そこへアクリル酸249g
(0.0342モル)を溶解したアセトニトリル溶放20m
を、30℃で撹拌しながら3時間かけて属下した。滴下終了後、40℃でさらに3時間撹拌した。アセトニトリルを欧止下で留云させ、次いで固体製液をエタノールから再結品せしめて収量7.7gで目的化合物を得た。

元某分析	· c ·	н	N	F
分析值(如	5 0. 7	2. 7	5. 7	4 1. 7
8 14 mil/s)	3 0.4	2. 5	3. 7	4 1. 8

NMRスペクトル(D2O密媒、DSS基準)

1.71 ppm (m, 2H), 1.86 ppm (t, 3H)

2.20 ppm (t, 4 H), 3.0 9 ppm (t, 2 H)

3.29 ppm (m, 8 H)

奖施例1

の台域

商却用コンデンサーおよび操降器を備えた300mlの4
つ目丸底フラスコに、N-(3-アミノブロビル)-Pパーフロロノネニルオキシベンゼンカルボアミド10g
(0016モル)、水磁化リチウム038g(0016モル)、

およびアセトニトリル100gを秤収し、30℃で提择したがら、アクリル酸12g(0016モル)を溶解したアセトニトリルの溶液10៧を、2時間かけて腐下した。腐下終了後、40℃でさらに3時間提件した。内容物を取り出すことなく、水酸化リチウム038g(0016モル)およびアープチロラクトン14g(0016モル)を加えて40℃で20時間提件した。アセトニトリルを留去させ、次いでペースト状投資をエタノール/アセトン混合溶媒から円結晶せしめた処、85gなる収量で目的化合物が得られた。

77	-25	4	14:1	

71.9433 01		<u> </u>	N	F
分析值(%)	5 9. 6	2. 8	3. 4	3 9. 4
計分值(名	3 9. 3	2. 6	3. 5	3 9. 4

NMRスペクトル(D,O裕媒、DSS基準)

1.70 ppm (m, 2H), 1.83 ppm (m, 2H)

 元素分析
 C
 H
 N
 F

 分析值(4)
 5 3.8
 2.8
 3.2
 3 5.7

 計算值(4)
 3 4.0
 2.8
 3.2
 3 5.6

NMRスペクトル(D20裕媒、DSS基準)

1.88 ppm (m, 4 H), 2.27 ppm (t, 4 H),

3.0.9 ppm (m, 6 H), 3.41 ppm (t, 2 H),

7.0~7.4 ppm (m, 4 H)

尖脑例 9

南却用コンデンサーおよび批拌器を備えた 3 0 () ■4の 3 つ口丸底フラスコに、

C₇F₁₅CON+CH₂→3 O+CH₂→3 O+CH₂→3 NH₂ 1 1 1 1 *g* (11 0 1 9 4 モル)、水磁化カリウム 2 2 *g* (0.0 3 8 8 モル)、 r ープチロラクトン 3 3 *g* (0.0 3 8 8 モル) お

2.2 () ppm (m, 4 II), 5.0~3.3 ppm (m, 8 H)
7. ()~7.5 ppm (m, 4 II)

头脑闭8

 $C_0F_{H^{1}}O = \left(\bigcap_{i=1}^{n} SO_2N + CH_2 \right)_i^* O + CH_2 \right)_i^* N + CH_2 CH_2 COONa)_2$ 0) + M2

寄却用コンデンサーおよび提择器を備えた3 0 0 meの 4 つ口の起フラスコゼ、

CoFinO SON+CM+, O+CM+, NH 12.58 (0.0171モル)水配化ナトリウム1.449(0.03428)、アセトニトリル100分を枠取し、次いでアクリル 0.2499(0.0542モル)を溶解したアセトニトリル溶液20以を、30℃で溶拌しながら3時間溶拌した。アセトニトリルを放出下で留去させ、次いで固体致値をエタノールから内結晶せしめた。収量は14.69であつた。

よびアセトニトリル100gを秤収し、次いで30℃で 20時間毎拝した。アセトニトリルを留去させ、ベースト 状数値をイソプロピルアルコールから再結晶せしめた。 収掛は12.7gであつた。

元素分析				
	C	H	N	F
分47位(克)	3 5.2	3. 6	3. 4	3 5.8
rit 14 (m)(%)	3 5 . 1	3. 5	3. 4	3 5. 8

NMRスペクトル(D.O 榕媒、DSS基準)

1.87 ppm (m, 4H), 1.93 ppm (m, 4H), 2.29 ppm (t, 4H), 3.10 ppm (m, 6H), 3.5~3.4 ppm (m, 8H), 3.52 ppm (t, 2H)

実施例 1 0

OH (C.F.,SO,NCIŲCHCH,N·+CH,CIŲCIŲCOOK),の合成) CII,CH,OCH, 浴却用コンテンサーおよび提拝器を備えた300㎡の3

つ口丸底フラスコ化、

.

特問昭59- 46252 (10)

(CoFinSOn CHiCHCHENH: 1038(0.0194 = 1) CIFCHO CH

水酸化カリウム228(00388モル)、 ェープナロラ クトン339(00388モル)およびアセトニトリル 100gを秤取し、次いで30℃で20時間提拌した。ア セトニトリルを留去させ、しかるのちペースト状效应をイ ソプロピルアルコールから再結晶せしめた処、13.58な る収録で目的化合物が得られた。

	ŽΪ	÷	×	5	3)	v	r
-	***	-	-			-	•••	

	C ·	Н	N	F
分小(何(必)	3 1. D	3. 3	3. 6	3 1. 5
शाका क्षांत्र	3 0.8	3. 2	3. 6	3 1. 7

NMRスペクトル(D2O俗媒、DSS基準) 1.79 ррип (ип. 4 Н), 2.20 ррип (в. 3 Н). 2.3 1 ppm (m, 6H), 3.1 9 ppm (m, 6H), 3.48 ppm (m, 4H), 3.64 ppm (m, 1H)

特許出願人 大日本インキ化学工業株式会社

財団法人 川村理化学研究所

hij